質量分析装置イオン化部位の保守技術習得２

杉山　孝雄[1*]、三田　和義[2*]、設楽　浩明[1*]、新美　智久[2*]、小山　哲夫[1*]

[1]第三技術系、[2]科学分析支援センター

１．はじめに

物質の同定（試料分子の分子量の推定）に必要な質量分析法は、破壊分析であるために分析装置の汚染を起こしやすい。分析装置が汚染した場合、汚染物質によりイオン化が阻害され、測定が困難になることがある。また、得られるスペクトルデータには試料以外のピークが含まれてしまい解析作業への障害が起こる。このようなことから、恒常的に良好なスペクトルデータが得られるよう、分析装置を維持するための保守技術に主眼を置いた研修を行った。この保守作業に必要な知識の習得と作業実技の習得、そして習得した技術を継承できるように作業手順書や要点・注意事項集の作成を目的とする[1)]。

本研修では、平成２１年度に科学分析支援センターに導入された液体クロマトグラフ質量分析装置 NanoFrontier-eLD（図 1-1.）を対象装置とした。

図 1-1.　NanoFrontier-eLD

２．NanoFrontier-eLD の仕様

NanoFrontier-eLD は、試料をエレクトロスプレーイオン化法（ESI 法）によりイオン化する、リニアイオントラップを用いた飛行時間型(TOF 型)質量分析装置である（図 2-1.）。

さらに試料の導入部にはナノフロー高速液体クロマトグラフィー(HPLC)システム（図 2-2.ー図 2-3.）を有するタンパク質解析から低分子構造解析まで、さまざまな分野に対応できる装置である[2)]。

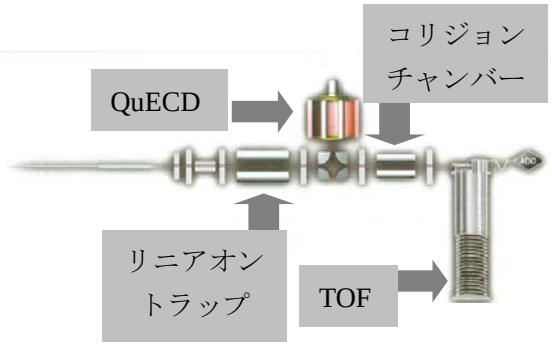

図 2-1.　　質量分析部の概略

図 2-2.　ナノフロー高速液体クロマトグラフィーシステム

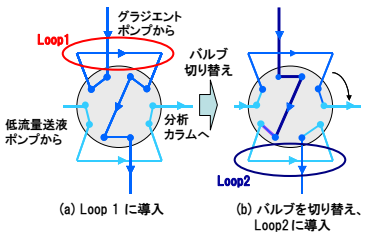

図 2-3.　ナノフローポンプの概略

３．イオン源の構造について

NanoFrontier-eLD のイオン化法であるエレクトロスプレーイオン化法（ESI 法）は、高電圧をかけたキャピラリーから試料溶液を噴霧し

て、帯電した液滴から試料イオンを生成する方法である（図 3-1.）。ESI 法は試料へのダメージが少なく、生体高分子等をそのままイオン化することができるイオン化法である[3)]。

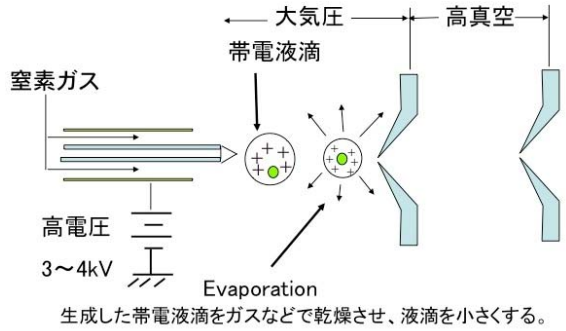

図 3-1. ESI イオン化室の概念図

４．イオン源部位のメンテナンス

４－１　イオン源の分解[4)]

取り外す前の状態をデジタルカメラで撮影してその後に部品を取り外し、行程毎に撮影するという手順で分解行程を記録した（図 4-1.ー4-5.）。

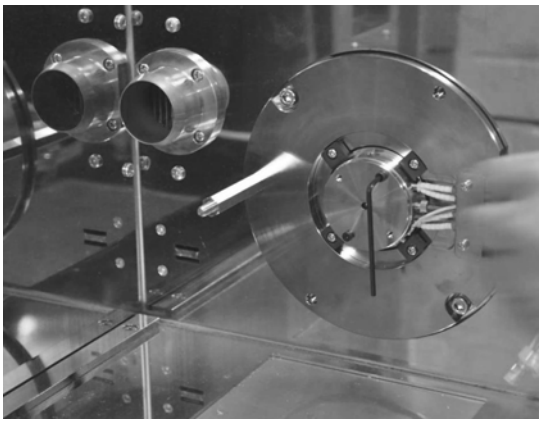

図 4-1.　カウンターガスプレートの取り外し

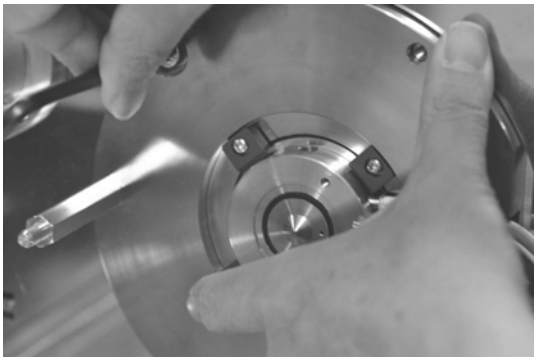

図 4-2.　AP1 電極の取り外し

図 4-3.　EX 電極の取り外し

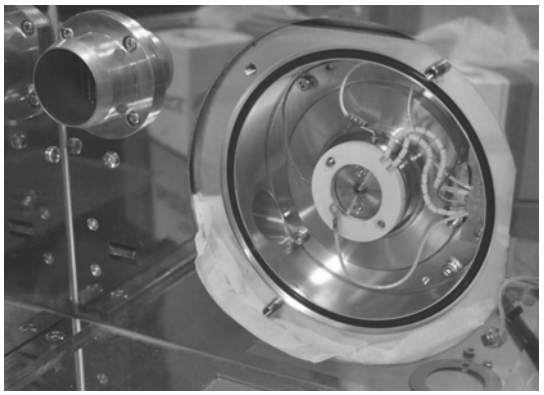

図 4-4.　AP2 電極の取り外し

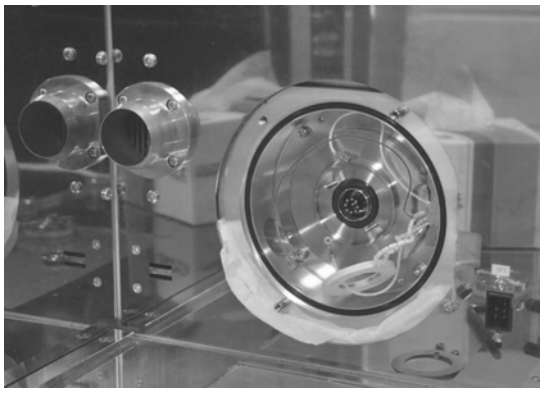

図 4-5.　洗浄する部品を全て取り外した様子

４－２　部品の洗浄

水：メタノール＝１：１の溶液をつけた洗浄専用の脱脂綿で各部品の汚れを擦り落とした。（図 4-6.）汚れがひどい場合は 2000 番の紙ヤスリで汚れを削り落とすのだが、今回はその必要は無かった。

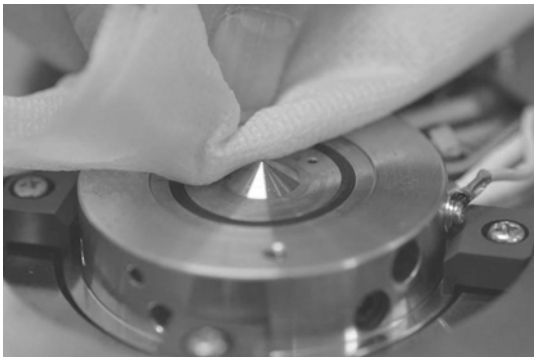

図 4-6.　AP1 電極の洗浄作業

汚れを落とした後､各部品をビーカーにいれ、洗浄液（水：メタノール＝１：１）を各部品が全て浸るくらいまで注ぎ､超音波洗浄した。(図 4-7.）洗浄後は各部品を自然乾燥させた。

図 4-7.　部品の超音波洗浄

４－３　イオン源の組立

先のデジタルカメラの画像を参考にしながら、イオン源の分解と逆の手順で組立を行った。

組立終了後に､テスターで導通確認を行った。（図 4-8.）

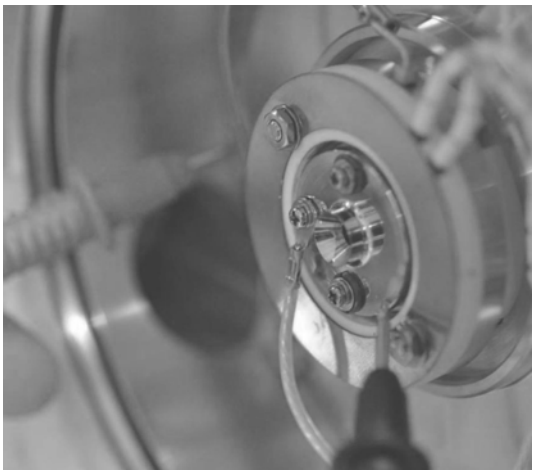

図 4-8.　導通試験

４－４　注意点

AP1 のユニットを取り外すと本体に大きな隙間が生じることに気づいたので、ネジ等が、隙間内へ落下しないようにキムワイプで隙間を塞いだ。（図 4-9.）

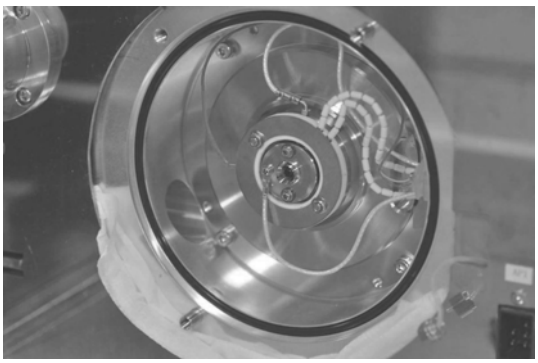

図 4-9.　キムワイプで隙間を塞ぐ

４－５　動作確認

NanoFrontier-eLD を起動して動作確認を行い、問題なく洗浄が行われていることを確認した。

５．ナノフローHPLC のメンテナンス

５－１　ポンプヘッドの分解

ナノフローHPLC は Loading Pump, Gradient Pump, Nanoflow Pump の３つのポンプで構成されている。３つのポンプにはそれぞれ２つのポンプヘッドがあり、ここから送液、流路の加圧が行われる。そのため、ポンプヘッドが汚れると、配管詰まりや液漏れの原因となる。

ポンプヘッドの構造はどれもほぼ同じであるため、Loading Pump の分解作業で説明する。

図 5-1.　ポンプヘッドに接続している配管の取り外し

最初に、ポンプヘッドに接続している配管を外す（図 5-1)。次に、ポンプヘッドを固定しているネジを少しずつゆるめて、ポンプ本体からポンプヘッドを取り外した。

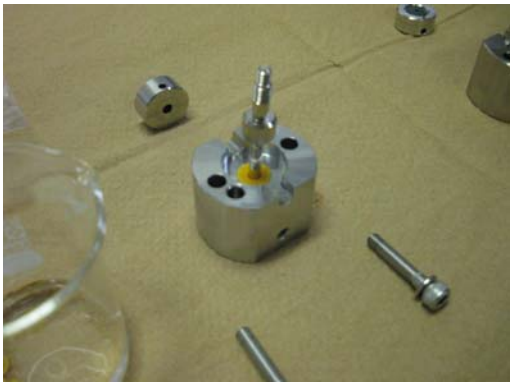

図 5-2.　ポンプシールの取り外し

取り外したポンプヘッド裏面にはポンプシールがはまっているので、専用の工具を用いてポンプシールを取り外した（図 5-2.)。

５－２　ポンプヘッドの洗浄

ポンプヘッド、プランジャ軸受、ポンプシールをビーカーに入れ、洗浄液（2-プロパノール）を各部品が全て浸るくらいまで注ぎ、超音波洗浄した（図 5-3)。汚れがひどい場合は新品のポンプシールに交換した。

図 5-3.　ポンプヘッドの洗浄

５－３　ポンプヘッドの組立

部品の洗浄、乾燥が終わったら、分解した手順と逆の順番に組み立てた。

６．メンテナンスマニュアルや要点・注意事項集の作成

作成したメンテナンスマニュアルには実際の作業を行う過程において気づいた点や撮影した分解作業工程の様子、取り外した部品、洗浄後の部品等の写真を盛り込んでわかりやすいようにした。（図 6-1.）

図 6-1.　　作成したメンテナンスマニュアル

７．　おわりに

この研修を通して、装置の保守作業の要点・注意事項に力点をおき、分かり易く、簡便で後継の技術職員に、保守技術や知識が引き継げるような作業手順書および注意事項集の作成をおこなうことが出来た。

今後は、常時複数の人数が保守作業を行えるように保守技術者を養成し待機させておくとともに、洗浄作業による装置の停止時間が短くなるように一人一人が技術向上に努める必要がある。

参考文献

１．三田和義ら：質量分析装置イオン化部位の保守技術習得，第２０回技術部技術発表会予稿集,55-60 (2010).
２．日立液体クロマトグラフ質量分析計カタログ，日立ハイテク, (2008).
３．土屋正彦ら訳：有機質量分析イオン化法,(1999),丸善.
４．取扱説明書，日立ハイテクノロジーズ, (2008).